Ver. 2.23

Vent-free GC/MS アダプターキット

Vent-free GC/MS アダプターキット-50　(P/N: MS402180)
Vent-free GC/MS アダプターキット-70　(P/N: MS402190)
Vent-free GC/MS アダプターキット-70PE　(P/N: MS402195)

取扱説明書

FRONTIER LAB
フロンティア・ラボ 株式会社
www.frontier-lab.com

ご使用の前に

このたびは Vent-free GC/MS アダプターキットをご購入頂きまして誠にありがとうございます。本製品の性能を十分に発揮させるために、ご使用前に本取扱説明書をお読みください。

本取扱説明書には、装置の据え付け方法、装置の操作方法、および正常に動作しない場合の対処方法について書いてあります。実際のご使用には、パイロライザーまたはマイクロリアクターおよび各社のガスクロマトグラフの取扱説明書をあわせてご参照ください。

製品保証規定

フロンティア・ラボは、弊社製品の故障・不具合について、別紙の製品保証規定に従い保証します。製品保証規定は、弊社ホームページからもダウンロードして頂けます。

製品のサポート期限についてのご案内

弊社製品の消耗部品、保守部品の供給並びに点検・修理などのサポート期限は、原則として、製品の販売終了後 7 年間となっております。但し、製造メーカーから購入している電子部品等については、メーカーの製造中止後の対応ならびに弊社で確保した在庫数の変動などにより製品の販売終了後 7 年以内であっても部品の供給ができなくなる場合があります。

安全な取り扱いについて

本製品を正しく安全に使用していただくため、本製品の操作にあたっては本書の安全注意事項を必ずお守りください。本書で指定していない方法で使用した場合は、本製品の保護機能が損なわれることがあります。なお、これらの注意に反したご使用により生じた障害については、フロンティア･ラボ株式会社は責任と保証を負いかねます。

出荷内容物の確認

据付け前に、製品の内容物をご確認ください（次のうちいずれかのキットが含まれています）。

□Vent-free GC/MS アダプターキット-50 (P/N : MS402180)

VF抵抗管A-50, 2セット □ **(Re-order : MS402159, 1セット)**

□ VF 抵抗管(50 cm), 1本

□ VFナットB, 1個(VF抵抗管に付属)
(Re-order: MS402286, 3個）

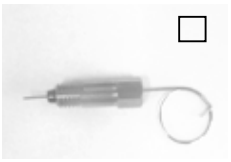
□ VFメタルフェラルD, 1個(VF抵抗管に付属)
(Re-order: MS402167, 20個)

□ 取扱説明書, 1冊

□ VFホルダーA, 1個
(Re-order: MS402288, 1個)

□ カラムナット, 2個
(Re-order: MS604234, 1個)

□ VFメタルフェラルD, 10個
(Re-order: MS402167, 20個)



□ プラグナットA, 1セット
(Re-order: MS402150,1セット)

□Vent-free GC/MS アダプターキット-70 (P/N : MS402190)

VF抵抗管A-70, 2セット □ **(Re-order:MS402191, 1セット)**

□ VF 抵抗管(70 cm), 1本

□ グラファイトベスペルフェラル, 1個
(VF抵抗管に付属)
(Re-order: PY1-7971, 10個）

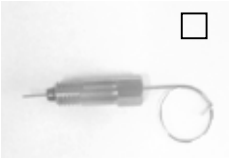
□ VFナット1/16, 1個(VF抵抗管に付属)
(Re-order:MS402184, 5個)

□ 取扱説明書, 1冊

□ VFホルダーA, 1個
(Re-order: MS402288, 1個)

□ カラムナット, 2個
(Re-order: MS604234, 1個)

□ VFメタルフェラルD,10個
(Re-order: MS402167, 20個)



□ プラグナットA, 1セット
(Re-order: MS402150,1セット)

□Vent-free GC/MS アダプターキット-70PE (P/N : MS402195)

VF抵抗管A-70PE, 2セット □ **(Re-order:MS402196,1セット)**

□

VF 抵抗管(70 cm), 1本

□ VFナットB, 1個(VF抵抗管に付属)
(Re-order: MS402286, 3個)

□ VFメタルフェラルD, 1個(VF抵抗管に付属)
(Re-order: MS402167, 20個)

□

取扱説明書, 1冊

□

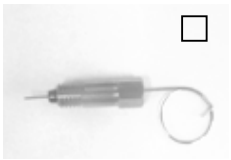
VFホルダーA, 1個
(Re-order: MS402288, 1個)

□

カラムナット, 2個
(Re-order: MS604234, 1個)

□

VFメタルフェラルD,10個
(Re-order: MS402167, 20個)



□

プラグナットA, 1セット
(Re-order: MS402150,1セット)

目次

ご使用の前に	1
製品保証規定	1
製品のサポート期限についてのご案内	1
安全な取り扱いについて	1
出荷内容物の確認	2
目次	3
第 1 章 Vent-free GC/MS アダプターについて	4
第 2 章 仕様	5
第 3 章 GC/MS への取り付けとカラムの取り付け	6
第 4 章 GC/MS 分析条件の設定	9
第 5 章 トラブルシューティング	10

第1章 Vent-free GC/MS アダプターについて

1.1 Vent-free GC/MS アダプターの機能について

Vent-free GC/MS アダプターはフロンティア・ラボ社製の多機能パイロライザーまたはマイクロリアクターを用いた GC/MS システム用に開発されたアダプターです。多機能パイロライザーおよびマイクロリアクターは、分離カラムを用いる分離分析法と発生ガス分析用キャピラリーチューブ（EGA チューブ）を用いる発生ガスをリアルタイムでモニターする分析（発生ガス分析；EGA など）法を適切に使い分けることによって、その性能を最大に発揮します。

しかし、これらの分析法を相互に切り替えるためには、MS に接続するカラムを交換する必要があります。そのため、従来では分析法を切り替える度に、MS の真空系を停止する必要があり、その作業には数時間を要していました。

そこで、新たに開発した Vent-free GC/MS アダプターを使用することによって、GC/MS の真空排気を停止することなくわずか数分で迅速な分離カラムあるいは発生ガス分析用キャピラリーチューブ（EGA チューブ）の相互交換を可能としました。

1.2 原理と流路構成図

Vent-free GC/MS アダプターの流路構成図を Fig1.1 に示します。 Vent-free GC/MS アダプターは、内径 0.15 mm の VF 抵抗管を介してカラムを MS に接続します。このアダプターはカラム交換時にも VF 抵抗管の流路抵抗により、MS への流入する空気を約 0.5 ml/min 以下とする基本設計により、MS の真空排気系を停止することなくカラムの交換を可能とした製品です。この VF 抵抗管は Ultra ALLOY®キャピラリーカラムと同等な多層傾斜膜の高度不活性処理を施しているため、微量の酸素にも耐久性があります。

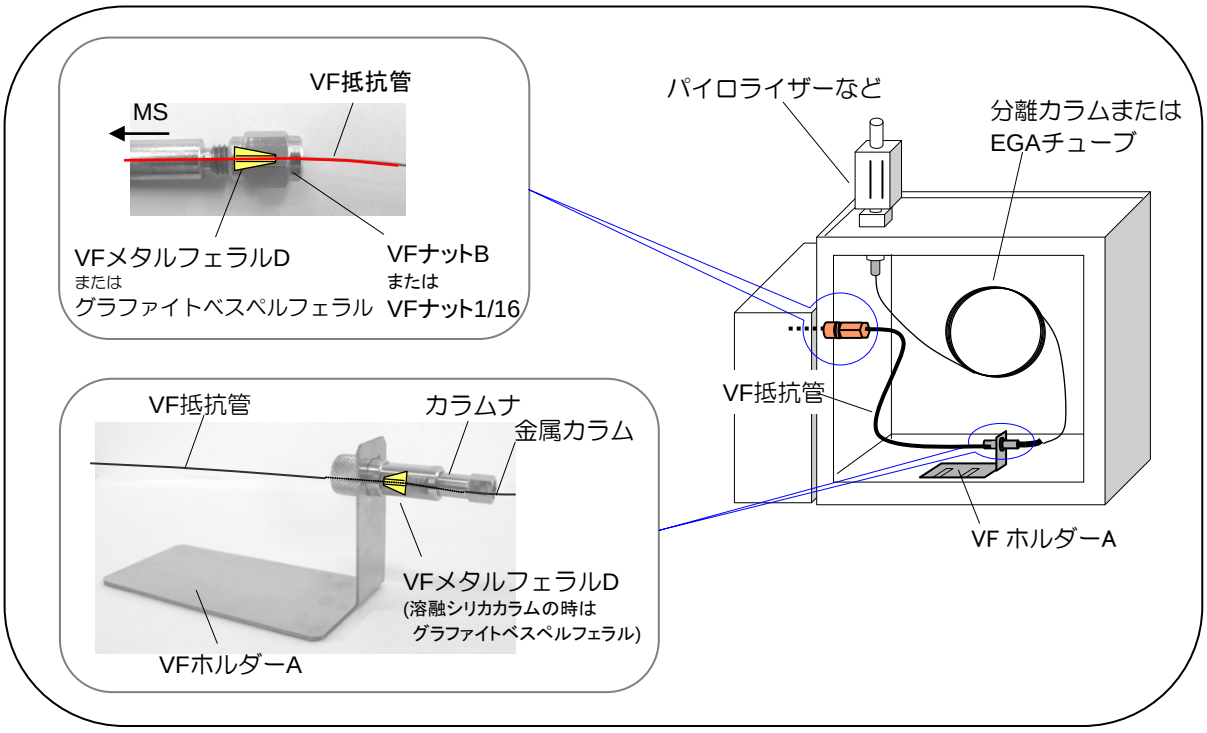


Fig.1.1 Vent-free GC/MS アダプターの流路構成図

第 2 章 仕様

	MS402180	MS402190	MS402195
使用可能な GC/MS シリーズ	アジレント社製 5973,5975 シリーズ 島津製作所社製 QP-2010,QP-5050 シリーズ * 日本電子社製 K9 シリーズなど	サーモフィッシャー社製 DSQ,ISQ シリーズ	パーキンエルマー社製 Clarus シリーズ
最高使用温度	400℃	320℃	400℃
VF 抵抗管	内径 0.15 mm, 長さ 50 cm	内径 0.15 mm, 長さ 70 cm	内径 0.15 mm, 長さ 70 cm
適用カラム	Ultra ALLOY 金属キャピラリー （EGA チューブ含む、フロンティア・ラボ製） 内径 0.15 mm, 0.25 mm Fused Silica 内径 0.2 mm, 0.25 mm, 0.32 mm		

*QP-5050 への取り付けは、現在ご使用中のナットとグラファイトベスペルフェラルをご使用ください。

第3章 GC/MSへの取り付けとカラムの取り付け

（Vent-free GC/MS アダプターをGC/MSへ取り付ける前に、MSを大気開放します。）

STEP 1 VF抵抗管のMSへの接続

（ここはとても重要なSTEPです。操作は清潔な手で行なってください。）

VF 抵抗管に付いているフェラルとナットは、外さないで使用します。（もし誤って外した場合は、VF 抵抗管の先端部でフェラルの内表面を傷つけないように、ゆっくり挿入しなおしてください。Fig. 3.1 参照）。

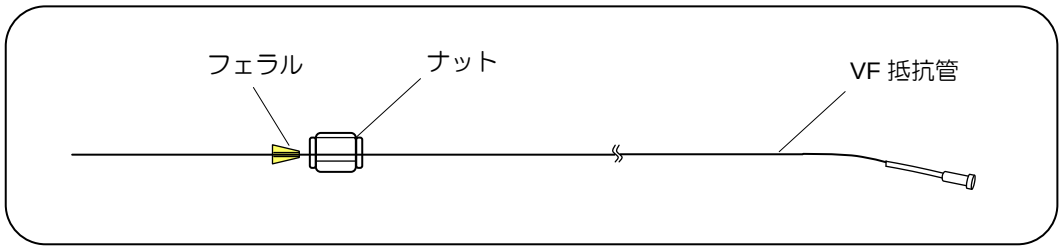


Fig.3.1. VF抵抗管の構成部品

VF 抵抗管の外壁をメタノールやアセトンなどの溶媒を含ませたティッシュで清浄にしてから、MS へ挿入してください。

VF 抵抗管の先端部は、MS イオン源内の規定位置まで挿入し、ナットを手で締めてから、約 1/2 回転(180 度)スパナで締めてください。リークが認められる場合は更に 1/4 回転(90 度)スパナで増し締めしてください。挿入規定位置の詳細は各メーカーの MS 取扱説明書をご参照ください。

【ご注意】

旧仕様のVFメタルフェラルA（部品番号：MS402185、廃番）はVFナットB（部品番号：MS402286）では使用できません。

STEP 2 VFホルダーAの取り付け

GCオーブン内の適当な位置にVFホルダーAを取り付けます。GCオーブン内壁の継ぎ目の隙間にVFホルダーAの裏面のツメ板を差し込んで固定します（Fig. 3.2）。

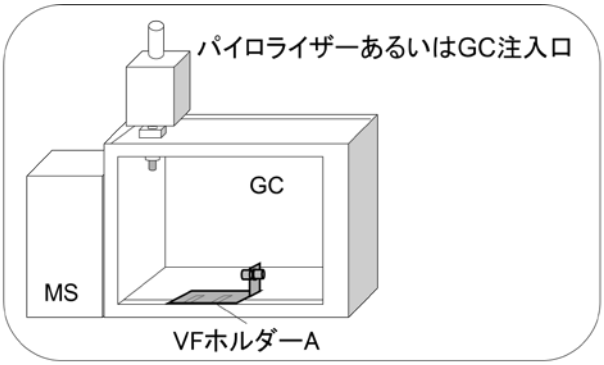


Fig. 3.2 GCオーブン内へのVFホルダーAの取り付け

STEP 3 VFホルダーAへのVF抵抗管の取り付け

VFホルダーAのスリットにVF抵抗管を通します。（Fig. 3.3）。

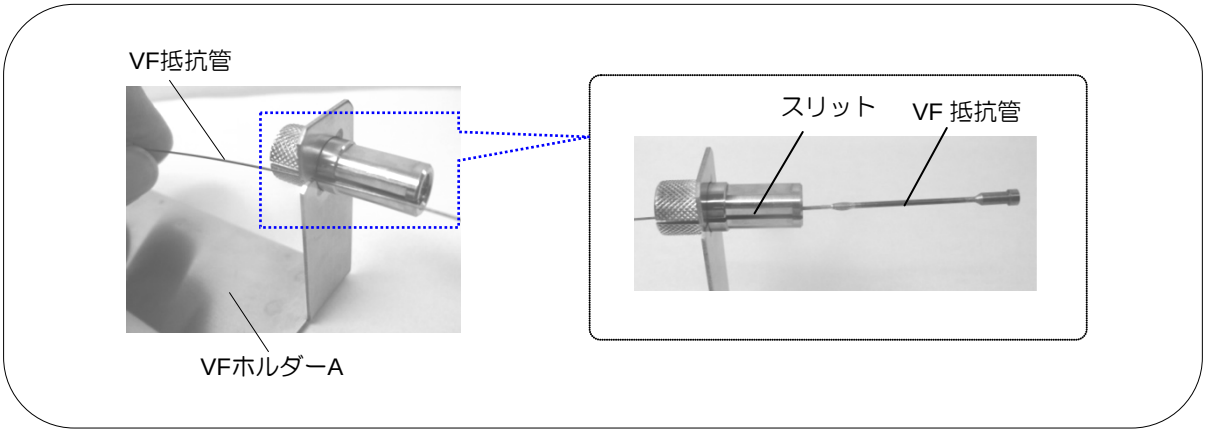


Fig. 3.3 VFホルダーAへのVF抵抗管の取り付け

STEP 4 分離カラムの取り付け

分離カラムにキット付属のカラムナットと、VFメタルフェラルDあるいはグラファイトベスペルフェラルを取り付けます（Fig. 3.4）。フェラルを取り付けた後には、カラムの先端を約10 mmカットしてください。

【注意】接続部のシールに、100%グラファイト製のフェラルを使用しますと、微粉末がVF抵抗管を詰まらせることがありますので、絶対に使用しないでください。

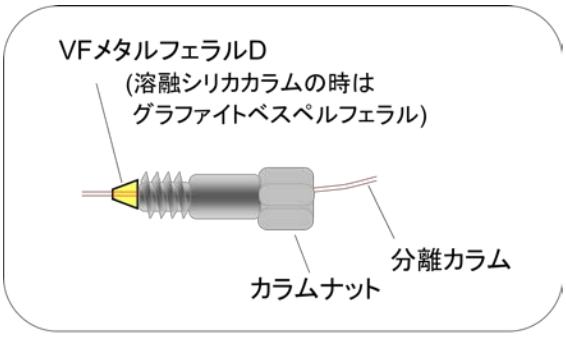


Fig.3.4 カラムナットとフェラルの取り付け

STEP 5 分離カラムの接続

分離カラムを VF 抵抗管のカラム接続部に挿し入れます。
突き当たるまで（約 5 mm）挿入し、その後、約 2 mm 引いて VF ホルダーA とカラムナットをスパナで締めて固定してください（Fig. 3.5）。

グラファイトベスペルフェラルを使用する場合、最高使用温度は 280～300℃です。300℃以上でご使用の場合には、空気リークが生じ増し締めが必要となります。

VF メタルフェラル D を使用する場合、カラムを VF ホルダーA から取り外した後、数回の繰返し使用は可能ですが、もし空気漏れを生じた場合は、この部分を三角ヤスリでカットしてから、新たな VF メタルフェラル D を使用してください。

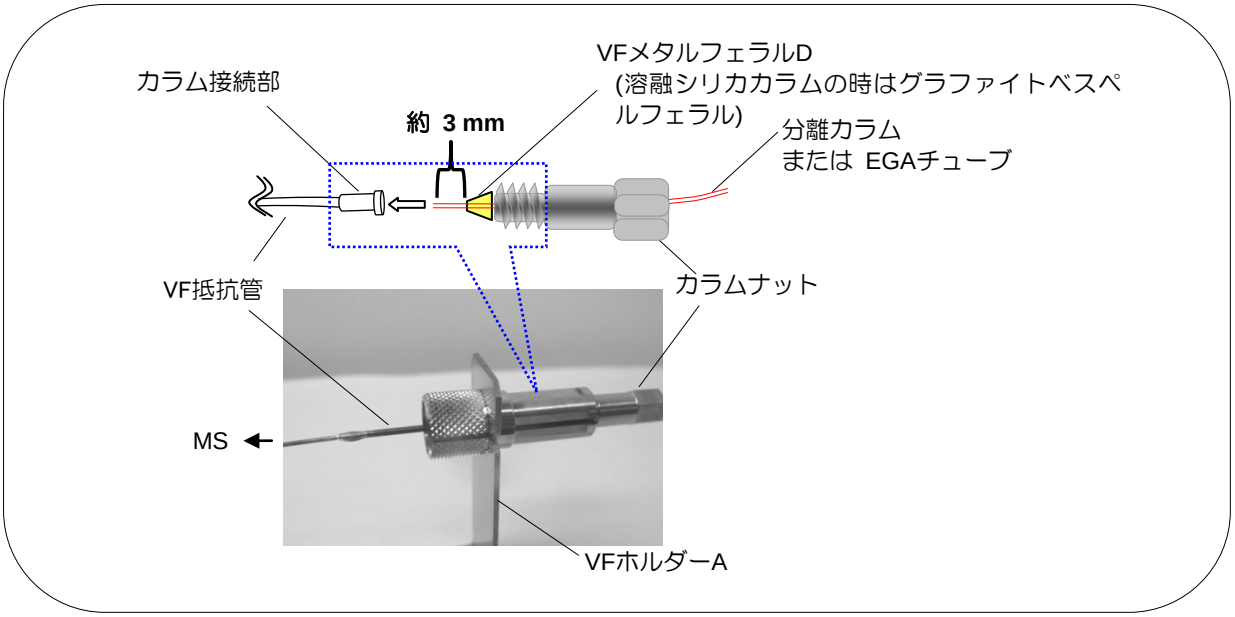


Fig. 3.5 分離カラムあるいはEGAチューブの取り付け

STEP 6 使用前のVent-free GC/MSアダプターのコンディショニング

1. 分離カラムを GC から外してください。
2. プラグナット A を用いて、VF 抵抗管を閉塞します。
3. GC を昇温プログラムさせます。条件は 40℃から 300℃まで 20℃/min で、昇温到達後一晩保持します。
4. 300℃で一晩保持した後、GC オーブンを室温まで冷却します。
5. 空気のリークチェックをし、必要であれば GC/MS インターフェースと VF 抵抗管の接続部およびカラムと VF 抵抗管との接続部の増し締めをします。

第4章 GC/MS分析条件の設定

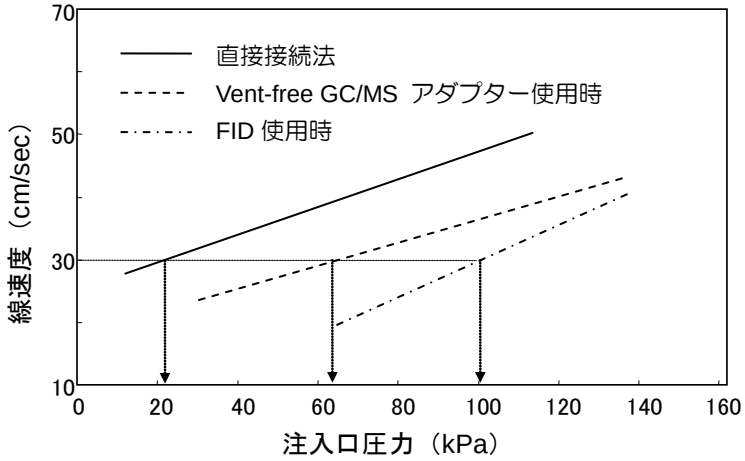
Vent-free GC/MS アダプターを使用して、注入口圧力を従来と同一条件下で使用した場合は、保持時間は多少長くなります。

従来とほぼ同じ保持時間のクロマトグラムを得るためには、注入口圧力を高く設定するか、あるいは、実際のカラムの長さよりも長い値を GC/MS の制御プログラムに設定する必要があります。

いずれの方法をとるかは、次に示す 4.1 定圧力モードを用いる場合と、4.2 定流量・線速度一定モードを用いる場合で異なります。

4.1 定圧力モード

定圧力モードで分析を行う場合には、従来の注入口圧力よりも約 40 kPa 高い圧力を設定することによりほぼ同じ保持時間が得られます。Fig. 4.1 に注入口圧力と線速度の関係一例を示しますのでご参照ください。



直接接続法を用いて 30 cm/sec の線速度を得るために必要な注入口圧力は約 20 kPa ですが、Vent-free GC/MS アダプターを用いた場合には、約 60 kPa となります。また、FID を用いる場合には、100 kPa となります。

Fig.4.1 注入口圧力と線速度の関係
分離カラム ：長さ 30 m, 内径0.25 mm, VF抵抗管 ：50 cm
GCオーブン温度 ：40°C, GC/MSインターフェース温度 ：280°C

4.2. 定流量モード・線速度一定モード

定流量モードや線速度一定モードで分析を行う場合には、内径 0.25 mm の分離カラムを用いる場合には、実際の分離カラムの長さよりも 10 m 長い値を GC/MS の制御プログラムのカラムサイズの項目に登録してください。

以下に典型的な分析条件の例を示しますのでご参照ください。

分析法	圧力制御モード	変更項目	一般的な従来の設置値	Vent-free GC/MS アダプター使用時の設定値
Direct EGA-MS 法	定圧力モード	注入口圧力	50 kPa （長さ 2.5 m, 内径 0.15 mm）	90 kPa
Py-GC/MS 法	定圧力モード	注入口圧力	80 kPa （長さ 30 m, 内径 0.25 mm カラムの場合）	120 kPa
	定流量モード 線速度一定モード	カラムサイズ	長さ 30 m, 内径 0.25 mm	長さ 40 m, 内径 0.25 mm

第5章 トラブルシューティング

この章では、Vent-free GC/MS アダプターに起因すると考えられるトラブルの症状と、それらに対する対策について説明します。各現象は、GC/MS に原因が由来する可能性もありますので、それらの取扱説明書もあわせてご参照ください。対策を講じても問題が解決しない場合や、ここに述べられていない現象や故障が発生した場合は、弊社代理店または、弊社宛にご連絡ください。

現象	原因	対策
ピーク強度（感度）が低い、またはピークが出ない	VF 抵抗管がフェラルの屑などにより詰まり、カラム流量が減少した結果として、スプリット比が大きくなったため	MS から VF 抵抗管を取り外し、先端からキャリヤーガスが出ていることを確認してください。キャリヤーガスが出ていない場合は、新しい VF 抵抗管に交換してください。（分離カラムのシールにグラファイトフェラルを使用すると、特に詰まる可能性が高くなります）
ピークがテーリングする	VF 抵抗管内へのフェラルなどの屑の流入、および試料成分による汚染	新しい VF 抵抗管に交換してください。
MS の空気のバックグラウンドが高い	キャリヤーガスラインのリーク	GC/MS の取扱説明書をご参照ください。
	真空シール部のリーク	Vent-free GC/MS アダプターが関係する真空シール部は、GC/MS インターフェースと VF 抵抗管の接続部およびカラムと VF 抵抗管との接続部の 2 箇所です。メタノールの気化ガスなどを用いてリークが生じている箇所を特定してください*。リークが生じている箇所を増し締めしてください。改善されない場合には、各接続部に用いているフェラルが消耗している可能性がありますので、フェラルを交換してください。
空気以外のバックグラウンドが高い	VF 抵抗管外壁の手の油などによる汚れ	m/z：129 などが顕著に観測されます。そのまま数時間安定時間を待つか、一度 MS の真空排気を停止してから、VF 抵抗管を取り外して、外壁をアセトンなどの揮発性有機溶媒で拭いてください。
カラム交換時に MS の真空ポンプが自動的に停止する	VF 抵抗管が短い	安全にカラム交換を行うためには、40 cm 以上の VF 抵抗管の長さが必要です。GC オーブン内の管の長さが約 20 cm 以上あれば十分な長さです。 カラム交換時には、VF 抵抗管の長さを確認してから交換を行ってください。

*：メタノール気化ガスを用いたリーク箇所の特定方法

メタノールをしみ込ませたティッシュペーパーを MS と VF 抵抗管の接続部あるいは VF 抵抗管と分離カラムの接続部に触れさせます。 次に、TIC（質量取り込み範囲：10-100）を拡大してベースラインの変化を観測します。ベースラインが上昇した時には、ティッシュを触れさせている箇所にリークがあります。